LC Application News ―No.80

カルボフランの分析

ポストカラム誘導体化法および自然蛍光法

1999年6月29日に出された衛水第39号で水質基準を補完する項目に係る測定方法の一部が改正されました。その中でカルボフランは

第1：高速液体クロマトグラフ－ポストカラム法

第2：固相抽出－高速液体クロマトグラフ法（自然蛍光法）

の2法により分析することとなりました。

ポストカラム法は、Fig.2に示すようにODSカラムから溶出したカルボフランをまずポストポンプ2から送液される水酸化ナトリウム溶液で加水分解してメチルアミンとします。続いてポストポンプ3から送液されるo-フタルアルデヒド溶液（OPA）と反応させて蛍光誘導体化物とし、蛍光検出器で検出します。500μL注入するため固相抽出などの濃縮操作が不要で、前処理が簡便です。

またカルボフランはそれ自身が蛍光性を有するため、誘導体化することなく蛍光検出器で検出することが可能です。それが第2法の固相抽出－高速液体クロマトグラフ法（自然蛍光法）です。固相抽出による濃縮操作が必要ですが装置構成がシンプルです。Agilent 1100蛍光検出器（G1321A）はオンラインで蛍光スペクトルを採取することができるため、ライブラリサーチによる同定が可能です。

■ ポストカラム法による分析例

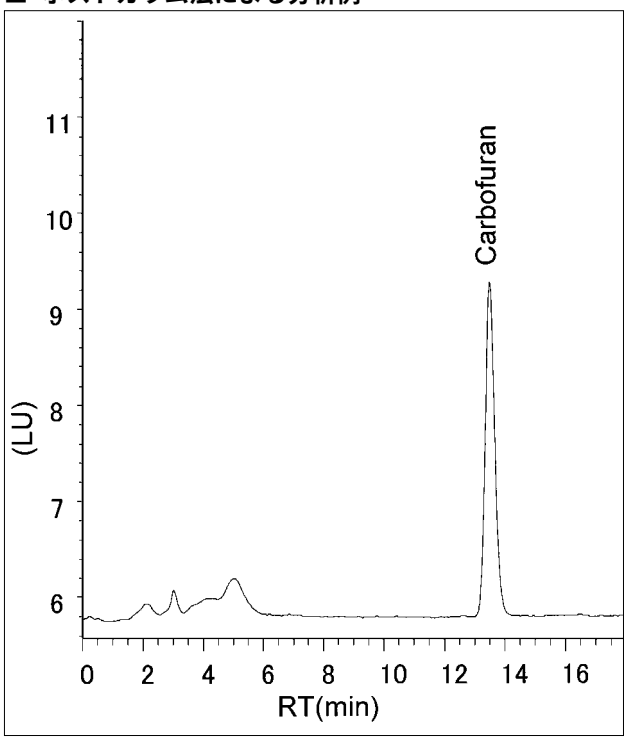

Fig.1 Chromatogram of Carbofuran（post-column/FLD method）

No.	成分名
1	Carbofuran

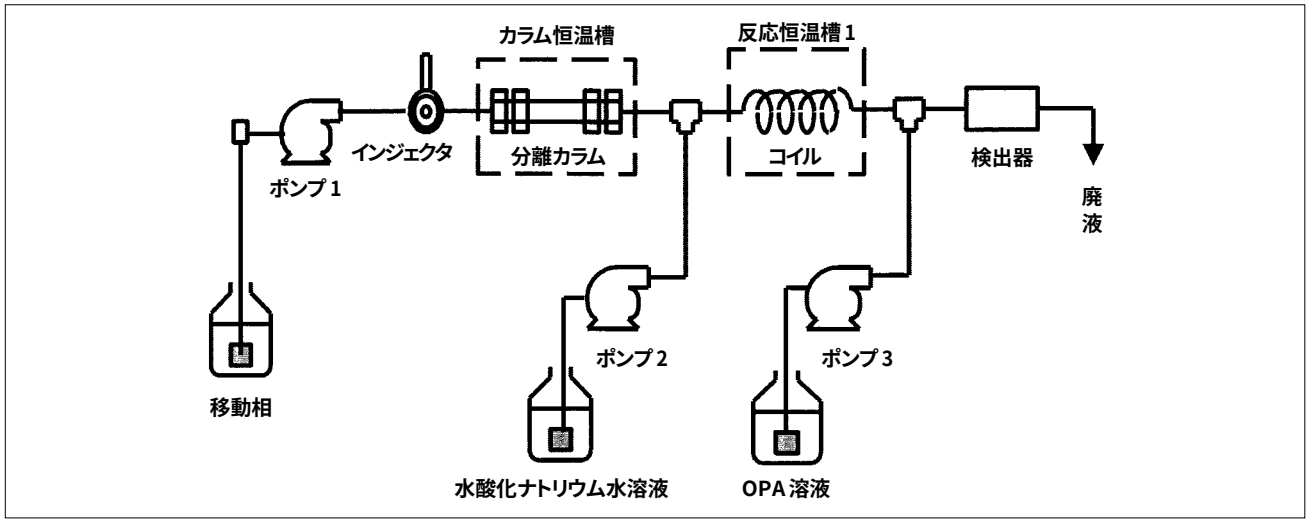

Fig.2 Flow diagram of post-column/FLD system

Table 1 Conditions of post-column/FLD method

Instrument	: Agilent 1100
Column	: ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6 × 150mm, 5 μ m（993967-902）
Mobile phase	: H_2O ／ 2-Propanol=85/15
Flow rate	: 1.0ml/min
Injection vol.	: 500 μ l
Column temp.	: 50 ℃
Hydrolysis	: 50mmol/l NaOH, 90 ℃, 0.7ml/min
Derivatization	: OPA, ambient, 0.3ml/min
FLD	: Ex. 340 nm, Em. 450 nm

■ 自然蛍光法による分析例

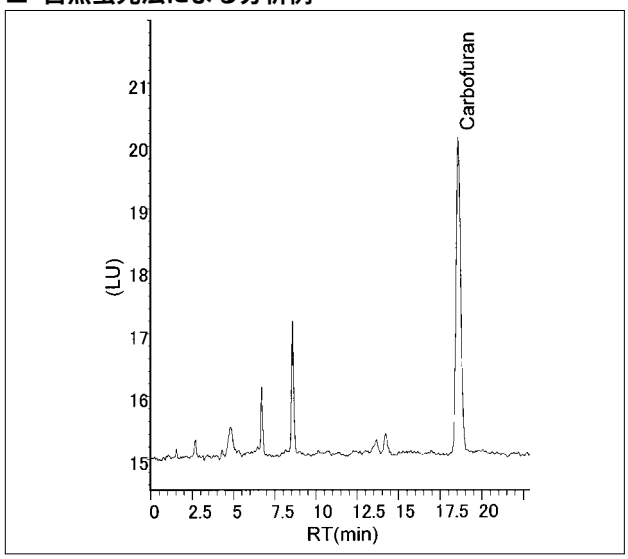

Fig.3 Chromatogram of carbofuran (non-derivertize/FLD method)

No. 成分名

1 Carbofuran

■ カルボフランの励起・蛍光スペクトル

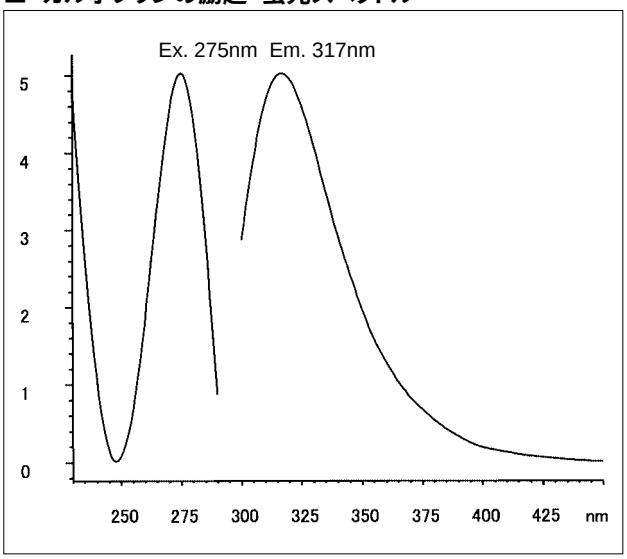

Fig.4 Spectra of Carbofuran

Table 2 Conditions of non-derivertize/FLD method

Instrument	: Agilent 1100
Column	: ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6 × 250mm, 5 μ m（990967-902）
Mobile phase	: H_2O ／ CH_3CN=7/3
Flow rate	: 1.0ml/min
Injection vol.	: 20 μ l
Column temp.	: 50 ℃
FLD	: Ex. 275 nm, Em. 317 nm

本書の一部または全部を無断複製することは禁止されています。

〔記載内容は、お断りなく変更することがありますので、ご了承ください。〕